



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 30 599 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 08 L 67/02**

C 08 J 5/18  
C 08 J 3/20  
C 08 J 3/22  
C 08 J 11/00  
C 08 K 5/13  
C 08 K 5/18  
C 08 K 5/5313  
C 08 K 5/5317  
C 08 K 5/372  
C 08 K 5/29  
C 08 K 5/56

⑳ Aktenzeichen: 196 30 599.3

㉔ Anmeldetag:

㉔ Offenlegungstag:

31. 7. 96

5. 2. 98

*Application date*  
*issu date*

DE 196 30 599 A 1

㉔ Anmelder:  
Hoechst AG, 65929 Frankfurt, DE

㉔ Erfinder:  
Murschall, Ursula, Dr., 55283 Nierstein, DE; Brunow,  
Rainer, 65817 Eppstein, DE

⑤4 Polyethylenterephthalat-Platte mit verbesserter Hydrolysestabilität, Verfahren zur Herstellung und Verwendung

⑤7 Die Erfindung betrifft eine amorphe Polyethylenterephthalat-Platte mit einer Dicke im Bereich von 0,8 bis 20 mm, die mindestens ein Antioxydans als Hydrolyse- und Oxidationsstabilisator enthält.

DE 196 30 599 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein amorphe Polyethylenterephthalat-Platte, deren Dicke im Bereich von 0,8 bis 20 mm liegt. Die Platte enthält mindestens ein Antioxydant als Hydrolyse- und Oxidationsstabilisator und zeichnet sich neben guten mechanischen Eigenschaften durch eine verbesserte Hydrolysestabilität aus. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung dieser Platte und ihre Verwendung.

Amorphe Platten mit einer Dicke von 1 bis 20 mm, die als Hauptbestandteil einen kristallisierbaren Thermoplasten, z. B. Polyethylenterephthalat (PET), enthalten können, wurden von der Anmelderin bereits in mehreren Deutschen Patentanmeldungen beschrieben (Deutsche Patentanmeldungen Nr. 195 19 579.5, 195 19 578.7, 195 19 577.9, 195 22 118.4, 195 22 120.6, 195 22 119.2, 195 28 336.8, 195 28 334.1, 195 28 333.3).

Diese Platten können je nach Verwendungszweck transparent oder gedeckt mit Farbmitteln wie Farbstoffen und Pigmenten eingefärbt sein. Sie können zudem einen oder mehrere UV-Stabilisatoren enthalten. Der zur Herstellung dieser Platten eingesetzte kristallisierbare Thermoplast, z. B. Polyethylenterephthalat, weist vorzugsweise eine Standardviskosität in einem Bereich von 800 bis 6000 auf. Zudem können diese Platten mindestens einseitig eine kratzeste Beschichtung haben. Diese Beschichtung ist vorzugsweise silicium- und/oder acrylhaltig (Deutsche Patentanmeldung Nr. 196 25 534.1).

Die Platten zeichnen sich insgesamt durch ausgezeichnete optische sowie mechanische Eigenschaften aus. In diesen Anmeldungen sind auch Verfahren zur Herstellung dieser Platten beschrieben.

Es versteht sich von selbst, daß die in diesen Anmeldungen beschriebenen amorphen Platten mit PET als kristallisierbaren Thermoplasten für die nachfolgend erläuterte Erfindung eingesetzt werden können, so daß auf diese Anmeldungen für die vorliegende Erfindung ausdrücklich bezug genommen wird und daß sie durch Zitat als Bestandteil der vorliegenden Anmeldung gelten.

In der EP-A-0 471 528 wird ein Verfahren zum Formen eines Gegenstandes aus einer Polyethylenterephthalat (PET)-Platte beschrieben. Die PET-Platte wird in einer Tiefziehform beidseitig in einem Temperaturbereich zwischen der Glasübergangstemperatur und der Schmelztemperatur wärmebehandelt. Die geformte PET-Platte wird aus der Form herausgenommen, wenn das Ausmaß der Kristallisation der geformten PET-Platte im Bereich von 25 bis 50% liegt. Die in der EP-A-0 471 528 offenbarten PET-Platten haben eine Dicke von 1 bis 10 mm.

In der US-A-3,496,143 wird das Vakuum-Tiefziehen einer 3 mm dicken PET-Platte, deren Kristallisation im Bereich von 5 bis 25% liegen sollte, beschrieben. Die Kristallinität des tiefgezogenen Formkörpers ist größer als 25%.

In der Österreichischen Patentschrift Nr. 304 086 ist ein Verfahren zur Herstellung von transparenten Formkörpern nach dem Tiefziehverfahren beschrieben, wobei als Ausgangsmaterial eine PET-Platte oder -folie mit einem Kristallinitätsgrad unter 5% eingesetzt wird.

Die als Ausgangsmaterial verwendete Platte oder Folie ist aus einem PET mit einer Kristallisationstemperatur von mindestens 160°C hergestellt worden. Aus dieser relativ hohen Kristallisationstemperatur folgt, daß es sich hierbei nicht um ein PET-Homopolymeres handelt, sondern um glykolmodifiziertes PET, kurz PET-G genannt, das ein PET-Copolymer ist.

Im Gegensatz zu reinem PET zeigt PET-G aufgrund der zusätzlich eingebauten Glykoleinheiten eine äußerst geringe Neigung zur Kristallisation und liegt üblicherweise im amorphen Zustand vor.

All diese Platten sind in keiner Weise gegen Hydrolyse stabilisiert.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine amorphe Platte mit einer Dicke von 0,8 bis 20 mm bereitzustellen, die neben guten mechanischen und homogenen optischen Eigenschaften vor allem eine verbesserte Hydrolyse- und Oxidationsstabilität aufweist.

Verbesserte Hydrolyse- und Oxidationsstabilität bedeutet, daß die Platten selbst durch Lagerung bei Temperaturen bis 50°C in Kombination mit einer relativen Luftfeuchtigkeit bis zu 95% keine wesentliche Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere keine drastische Erniedrigung der Schädigungsenergien erfahren, so daß die Platten vorteilhaft für Außenanwendungen und kritische Innenanwendungen eingesetzt werden können.

Zu den guten mechanischen Eigenschaften zählen unter anderem eine hohe Schlagzähigkeit sowie eine hohe Bruchfestigkeit.

Zu den homogenen optischen Eigenschaften zählen beispielsweise ein hoher Oberflächenglanz sowie Fehlen von Oberflächendefekten wie Pickel, Stippen und Orangenhaut. Im Falle von transparenten Platten zählen zu der homogenen Optik auch eine hohe Lichttransmission, eine niedrige Trübung und eine hohe Bildschärfe (Clarity), während im Falle von gedeckt eingefärbten Platten eine homogene, streifenfreie Einfärbung dazugehört.

Darüber hinaus sollte die erfindungsgemäße Platte recycelbar sein, insbesondere ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften, sowie schwer brennbar, damit sie beispielsweise auch für Innenanwendungen und im Messebau eingesetzt werden kann.

Gelöst wird die Aufgabe durch eine amorphe Platte mit einer Dicke im Bereich von 0,8 bis 20 mm, die als Hauptbestandteil ein kristallisierbares Polyethylenterephthalat enthält, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Platte mindestens ein Antioxydant als Hydrolyse- und Oxidationsstabilisator enthält.

Die typischen Erscheinungsbilder der Hydrolyse und Oxidation werden zusammenfassend als Alterungserscheinungen bezeichnet und hängen im wesentlichen von der Art des Polymeren und seiner Verwendung ab. Sie sind einerseits ästhetischer Natur, wie z. B. Vergilbung, Glanzverlust, Transparenzverlust, Oberflächenrisse, andererseits erfolgt aber parallel dazu ein Verlust an mechanischen Eigenschaften, wie Sprödebruch, drastische Erniedrigung der Schädigungsenergie und drastischer Abfall der Schlagzähigkeit, wodurch schließlich das Eigenschaftsbild der Platte in einer Weise beeinträchtigt wird, daß sie ihre Gebrauchstüchtigkeit verliert.

Grundsätzlich bieten sich verschiedene Möglichkeiten, die Oxidations- und Hydrolyseerscheinungen in verzö-

gerndem Sinne zu beeinflussen:

- can affect*
- Strukturelle Modifizierung des Thermoplasten *structural modifier*
  - Blockierung von Endgruppen *end group blocker*
  - Zusatz von Antioxidantien *antioxidant additives*

Antioxidantien sind chemische Verbindungen, die die Oxidations- und Hydrolyseerscheinungen und die daraus resultierende Alterung verzögern können.

Für die erfindungsgemäße Polyethylenterephthalat-Platte geeignete Antioxidantien lassen sich wie folgt aufteilen:

Additivgruppe	Stoffklasse
primäre Antioxidantien <i>Primary Antioxidant</i>	<i>Sterically hindered phenol</i> sterisch gehinderte Phenole und/oder <i>or aromatic amine</i> sekundäre, aromatische Amine
sekundäre Antioxidantien <i>Secondary Antioxidant</i>	Phosphite und Phosphonite Thioether, Carbodiimide Zink-dibutyl-dithiocarbamat

*any preferred performance contain invention the amorph. PET cont. phosphite & or phosphonite and/or carbodiimide as Antioxidant.*

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße, amorphe Polyethylenterephthalat-Platte ein Phosphit und/oder ein Phosphonit und/oder ein Carbodiimid als Antioxydant.

Beispiele für erfindungsgemäß verwendete Antioxydantien sind 2-[(2,4,8,10-Tetrakis(1,1-dimethylethyl)dibenzo[d,f][1,3,2]dioxaphosphepin-6-yl]oxy)-ethyljethanamin und Tris-(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphit.

Das Antioxydant liegt üblicherweise in einer Konzentration von 0,01 bis 6 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Platte, vor.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße Platte als Hauptbestandteil ein amorphes und/oder ein kristallisierbares Polyethylenterephthalat und 0,01 bis 6 Gew.-% 2-[(2,4,8,10-Tetrakis(1,1-dimethylethyl)dibenzo[d,f][1,3,2]dioxaphosphepin-6-yl]oxy)-ethyljethanamin (\*Irgafos 12 der Fa. Ciba Geigy) und/oder Tris-(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphit (\*Irgafos 168 der Fa. Ciba Geigy) und/oder monomere und/oder polymere Carbodiimide (\*Stabaxsol P10 der Fa. Rheinchemie) als Antioxydantien, auch als Hydrolyse- und Oxidationsstabilisator bezeichnet, (Chemische Struktur, Molekulargewicht vgl. Anlage).

Neben den Antioxydantien kann die erfindungsgemäße Platte wahlweise weitere Additive wie Farbmittel und UV-Stabilisatoren enthalten.

Geeignete Farbmittel sind z. B. in den vorstehend genannten Deutschen Patentanmeldungen Nr. 195 19 578.7 und 195 19 577.9 beschrieben.

Der UV-Stabilisator ist vorzugsweise einer, der in der amorphen Platte keine oder nur eine geringfügige Farbänderung verursacht. Zu derartigen UV-Stabilisatoren zählen diejenigen aus der Klasse der organischen und metallorganischen Verbindungen.

Geeignete UV-Stabilisatoren sind z. B. 2-Hydroxybenzophenone, 2-Hydroxybenzotriazole, nickelorganische Verbindungen, Salicylsäureester, Zimtsäureester-Derivate, Resorcinmonobenzoate, Oxalsäureanilide, Hydroxybenzoesäureester, sterisch gehinderte Amine und Triazine, wobei die 2-Hydroxybenzotriazole und die Triazine bevorzugt sind.

Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung besonders geeignete UV-Stabilisatoren sind 2-(4,6-Diphenyl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxy-phenol und 2,2'-Methylen-bis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-phenol).

Die Konzentration an UV-Stabilisator beträgt vorzugsweise 0,01 Gew.-% bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des PET der Platte.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß Mischungen aus primären und sekundären Antioxidantien und/oder Mischungen aus sekundären und/oder primären Antioxidantien mit UV-Stabilisatoren einen synergistischen Effekt bewirken.

Die Platte kann auch mindestens einseitig mit einer kratzfesten Beschichtung versehen sein. Geeignete Beschichtungsmaterialien und -verfahren sind in der vorstehend genannten Deutschen Patentanmeldung Nr. 196 255 34.1 beschrieben.

Erfindungsgemäß können die Antioxidantien sowie gegebenenfalls die weiteren Additive wie UV-Stabilisatoren, Farbmittel etc. in der gewünschten Konzentration bereits beim Rohstoffhersteller zu dem Polyethylenterephthalat dosiert werden oder bei der Plattenherstellung in den Extruder dosiert werden.

Besonders vorteilhaft ist die Zugabe der Antioxidantien und der weiteren Additive mittels Masterbatchtechnologie.

Dabei werden die Antioxidantien, und gegebenenfalls die weiteren Additive in einem festen Trägermaterial voll dispergiert. Als Träger kommen gewisse Harze, das zu stabilisierende Polyethylenterephthalat selbst oder

auch andere Polymere, die mit dem Polyethyl terephthalat ausser sich sind verträglich sind, in Frage. Wichtig ist, daß die Korngröße und das Schüttgewicht des Mast ratches ähnlich der Korngröße und dem Schüttgewicht des Polyethylenterephthalats sind, so daß eine homogene Verteilung und damit eine homogene Stabilisierung erfolgen kann.

5 Erfindungsgemäß versteht man unter kristallisierbarem Polyethylenterephthalat

- kristallisierbare und amorphe Polyethylenterephthalat-Homopolymere
- kristallisierbare und amorphe Polyethylenterephthalat-Copolymere
- kristallisierbare und amorphe Polyethylenterephthalat-Compounds
- 10 – kristallisierbare und amorphe Polyethylenterephthalat-Recyklat

und

- andere Varianten von Polyethylenterephthalat.

15 Polyethylenterephthalat-Polymere mit einem Kristallitschmelzpunkt  $T_m$ , gemessen mit DSC (Differential Scanning Calorimetry) mit einer Aufheizgeschwindigkeit von  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , von  $220^\circ\text{C}$  bis  $260^\circ\text{C}$ , vorzugsweise von  $230^\circ\text{C}$  bis  $250^\circ\text{C}$ , mit einem Kristallisationstemperaturbereich  $T_c$  zwischen  $75^\circ\text{C}$  und  $260^\circ\text{C}$ , einer Glasübergangstemperatur  $T_g$  zwischen  $65^\circ\text{C}$  und  $90^\circ\text{C}$  und mit einer Dichte, gemessen nach DIN 53479, von 1,30 bis 1,45, einer Kristallinität zwischen 5% und 65%, und einer Kalt-(Nach-)kristallisationstemperatur von 120 bis  $158^\circ\text{C}$ , vorzugsweise von 130 bis  $158^\circ\text{C}$  stellen als Ausgangsmaterialien zur Herstellung der Platte bevorzugte Polymere dar.

Die Standardviskosität SV (DCE) des Polyethylenterephthalats, gemessen in Dichloressigsäure nach DIN 53728, liegt zwischen 800 und 6000, vorzugsweise zwischen 950 und 5000 und besonders bevorzugt zwischen 1000 und 4000.

25 Die intrinsische Viskosität IV (DCE) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität SV (DCE):

$$\text{IV (DCE)} = 6,67 \cdot 10^{-4} \text{SV (DCE)} + 0,118$$

30 Das Schüttgewicht, gemessen nach DIN 53466 liegt vorzugsweise zwischen  $0,75 \text{ kg/dm}^3$  und  $1,0 \text{ kg/dm}^3$ , und besonders bevorzugt zwischen  $0,80 \text{ kg/dm}^3$  und  $0,90 \text{ kg/dm}^3$ .

Die Polydispersität des Polyethylenterephthalats  $M_w/M_n$  gemessen mittels GPC liegt vorzugsweise zwischen 1,5 und 4,0 und besonders bevorzugt zwischen 2,0 und 3,5.

Unter amorpher Platte werden im Sinne der vorliegenden Erfindung solche Platten verstanden, die, obwohl in der bevorzugten Ausführungsform der eingesetzte kristallisierbare Thermoplast vorzugsweise eine Kristallinität zwischen 5 und 65% besitzt, nicht kristallin sind. Nicht kristallin, d. h. im wesentlichen amorph bedeutet, daß der Kristallinitätsgrad im allgemeinen unter 5%, vorzugsweise unter 2% liegt und besonders bevorzugt 0% beträgt. In derartigen Platten liegt das Polymer im wesentlichen in einem unorientierten Zustand vor.

Die amorphe Polyethylenterephthalat-Platte, die mindestens ein Antioxydant als Hydrolyse- und Oxidationsstabilisator enthält, kann sowohl einschichtig als auch mehrschichtig sein.

40 In der mehrschichtigen Ausführungsform ist die Platte aus mindestens einer Deckschicht und mindestens einer Kernschicht aufgebaut. Für diese Ausführungsform ist es wesentlich, daß das Polyethylenterephthalat der Kernschicht eine höhere Standardviskosität besitzt als das Polyethylenterephthalat der Deckschicht(en), die an die Kernschicht angrenzt (angrenzen).

45 Derartige Platten sind z. B. in den gleichzeitig anhängigen Deutschen Anmeldungen der Anmelderin mit Titel "Mehrschichtige Platte aus einem kristallisierbaren Thermoplasten, Verfahren zur deren Herstellung und Verwendung", "Mehrschichtige, transparent eingefärbte Platte aus einem kristallisierbaren Thermoplasten" und "Mehrschichtige, eingefärbte Platte aus einem kristallisierbaren Thermoplasten" beschrieben. Auf diese Anmeldungen wird für die vorliegende Anmeldung ausdrücklich verwiesen.

50 In der mehrschichtigen Ausführungsform ist das Antioxydant vorzugsweise in der bzw. den Deckschicht(en) enthalten. Jedoch kann nach Bedarf auch die Kernschicht mit Antioxydant ausgerüstet sein.

Anders als in der einschichtigen Form bezieht sich hier die Konzentration von üblicherweise 0,01 Gew.-% bis 6 Gew.-% auf das Gewicht des PET in der mit dem Antioxydant ausgerüsteten Schicht.

55 Die Herstellung der erfindungsgemäßen, amorphen gegen Hydrolyse und Oxidation stabilisierten Platten kann im Falle der einschichtigen Ausführungsform beispielsweise nach einem Extrusionsverfahren in einer Extrusionsstraße und im Falle der mehrschichtigen Ausführungsform beispielsweise nach einem Coextrusionsverfahren erfolgen. Beide Verfahren sind in den vorstehend genannten deutschen Patentanmeldungen ausführlich erläutert, auf die für die vorliegende Erfindung bereits ausdrücklich verwiesen worden ist.

60 Gegebenenfalls kann das Polyethylenterephthalat vor der Extrusion für 4 bis 6 Stunden bei  $160^\circ\text{C}$  bis  $180^\circ\text{C}$  getrocknet werden.

Das Polyethylenterephthalat wird im Extruder zusammen mit dem Antioxydant und gegebenenfalls mit den weiteren Additiven aufgeschmolzen werden. Vorzugsweise liegt die Temperatur der PET-Schmelze im Bereich von  $250^\circ\text{C}$  bis  $320^\circ\text{C}$ , wobei die Temperatur der Schmelze im wesentlichen sowohl durch die Temperatur des Extruders, als auch die Verweilzeit der Schmelze im Extruder eingestellt werden kann.

65 Die ausgeformte Schmelze verläßt den Extruder/Coextruder über eine Düse wie einer Breitschlitzdüse und wird dann in einem Glättwerk mit mindestens zwei Walzen kalibriert, geglättet und gekühlt.

Um eine amorphe Platte mit guter optischer Qualität zu erhalten, ist es wesentlich, daß die Temperatur der ersten Walze in einem Bereich von  $50-80^\circ\text{C}$  liegt.

Anschließend kann die Platte auf das gewünschte Maß gebracht werden.

Während Polyethylenterephthalat-Platten, die nicht mit einem Antioxydant ausgerüstet sind, bereits nach 20 Tagen Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchte von 95% eine drastische Erniedrigung der Schädigungsenergie in Kombination mit Sprödbbruch aufweisen, zeigen die mit Antioxydant rezeptuierten Platten wesentlich höhere Schädigungsenergien und überraschenderweise keinen Sprödbbruch bei Messung der Schlagzähigkeit nach Charpy und keinen bzw. nur geringfügigen thermischen Abbau.

Aus Bewitterungstests kann gefolgert werden, daß die erfindungsgemäßen Polyethylenterephthalat-Platten, die mit einer synergistischen Mischung aus Antioxydant und UV-Stabilisator rezeptuiert sind, selbst nach 8 bis 10 Jahren Außenanwendung keine signifikante Verschlechterung des Gelbwertes (ein Maß für die Vergilbung), keinen sichtbaren Glanzverlust, keine sichtbaren Oberflächendefekte sowie hohe Schädigungsenergien in Kombination mit zufriedenstellenden mechanischen Eigenschaften aufweisen werden.

Völlig unerwartet wurde zudem ein hervorragendes und wirtschaftliches Thermoform-Verhalten (Warmform- und Vakuumform-Verhalten) festgestellt. Im Gegensatz zu Polycarbonatplatten muß die erfindungsgemäße Platte nicht vor dem Thermoformen vorgetrocknet werden. Polycarbonatplatten müssen dagegen beispielsweise vor dem Thermoformen je nach Plattendicke 3 bis 50 Stunden bei ca. 125°C vorgetrocknet werden. Desweiteren zeichnet sich die erfindungsgemäße Platte durch sehr geringe Tiefziehzykluszeiten und niedrige Temperaturen beim Thermoformen aus. Aufgrund dieser Eigenschaften lassen sich aus der erfindungsgemäßen Platte auf üblichen Thermoformmaschinen wirtschaftlich und mit hoher Produktivität Formkörper herstellen.

Darüber hinaus ergaben Messungen, daß die erfindungsgemäße Platte schwerentflammbar ist und bei sehr geringer Rauchentwicklung nicht-brennend abtropft, so daß sie sich auch ausgezeichnet für Innenanwendungen und für den Messebau eignet.

Desweiteren ist die erfindungsgemäße Platte ohne Umweltbelastung und ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften problemlos recycelbar, wodurch sie sich beispielsweise für die Verwendung als kurzlebige Werbeschilder oder anderer Werbeartikel eignet.

Aufgrund der überraschenden Vielzahl ausgezeichneter Eigenschaften kann die erfindungsgemäße amorphe Polyethylenterephthalat-Platte vorteilhaft für zahlreiche, vollkommen unterschiedliche Anwendungen eingesetzt werden: beispielsweise für Außenanwendungen, wie z. B. für Gewächshäuser, Überdachungen, Außenverkleidungen, Abdeckungen, für Anwendungen im Bausektor, Lichtwerbeprojekte, Balkonverkleidungen und Dachausstiege, aber auch für Innenanwendungen, wie beispielsweise für Innenraumverkleidung, für Messebau und Messeartikel, als Displays, für Schilder, im Beleuchtungssektor, im Laden- und Regalbau, als Werbeartikel, als Menükartenständer, als Basketball-Zielbretter, als Raumteiler, als Aquarien, als Infotafeln, als Prospekt- und Zeitungsständer.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert, ohne dadurch beschränkt zu werden.

Die einzelnen Eigenschaften wurden gemäß den folgenden Normen bzw. Verfahren bestimmt:

Meßmethoden

Oberflächenglanz

Der Oberflächenglanz wird bei einem Meßwinkel von 20° nach DIN 67 530 gemessen. Gemessen wird der Reflektorwert als optische Kenngröße für die Oberfläche einer Platte. Angelehnt an die Normen ASTM-D 523-78 und ISO 2813 wurde der Einstrahlwinkel mit 20° eingestellt. Ein Lichtstrahl trifft unter dem eingestellten Einstrahlwinkel auf die ebene Prüffläche und wird von dieser reflektiert bzw. gestreut. Die auf den photoelektronischen Empfänger auffallenden Lichtstrahlen werden als proportionale elektrische Größe angezeigt. Der Meßwert ist dimensionslos und muß mit dem Einstrahlwinkel zusammen angegeben werden.

Lichttransmission

Unter der Lichttransmission ist das Verhältnis des insgesamt durchgelassenen Lichtes zur einfallenden Lichtmenge zu verstehen. Die Lichttransmission wird mit dem Meßgerät Hazegard plus nach ASTM D 1003 gemessen.

Trübung und Clarity

Trübung ist der prozentuale Anteil des durchgelassenen Lichtes, der vom eingestrahnten Lichtbündel im Mittel um mehr als 2,5° abweicht. Die Bildschärfe wird unter einem Winkel kleiner als 2,5° ermittelt. Die Trübung und die Clarity werden mit dem Meßgerät Hazegard plus nach ASTM D 1003 gemessen.

Oberflächendefekte

Die Oberflächendefekte werden visuell bestimmt.

Schlagzähigkeit  $a_n$  nach Charpy

Diese Größe wird nach ISO 179/1D ermittelt.

Schädigungsenergi  $W_s$ 

Die Schädigungsenergi  $W_s$  (ach Schädigungsarbeit genannt) wird im Durchstoßversuch (auch Fallbolzenversuch) nach ISO 6603-2 gemessen. Die Schädigungsenergie ist die bis zum vereinbarten Schädigungspunkt am Probekörper geleistete Arbeit.

## Dichte

Die Dichte wird nach DIN 53 479 bestimmt.

## SV (DCE), IV (DCE)

Die Standardviskosität SV (DCE) wird angelehnt an DIN 53 728 in Dichloressigsäure gemessen. Die intrinsische Viskosität (IV) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität (SV)

$$IV (DCE) = 6,67 \cdot 10^{-4} SV (DCE) + 0,118$$

## Thermische Eigenschaften

Die thermischen Eigenschaften wie Kristallitschmelzpunkt  $T_m$ , Kristallisationstemperaturbereich  $T_c$ , Nach- (Kalt-) Kristallisationstemperatur  $T_{CN}$  und Glasübergangstemperatur  $T_g$  werden mittels Differential Scanning Calorimetrie (DSC) bei einer Aufheizgeschwindigkeit von  $10^\circ \text{C/min}$  gemessen.

## Molekulargewicht, Polydispersität

Die Molekulargewichte  $M_w$  und  $M_n$  und die resultierende Polydispersität  $M_w/M_n$  werden mittels Gelpermeationschromatographie (GPC) gemessen.

## Bewitterung (beidseitig), UV-Stabilität

Die UV-Stabilität wird nach der Testspezifikation ISO 4892 wie folgt geprüft.  
 Testgerät: Atlas Ci 65 Weather Ometer  
 Testbedingungen: ISO 4892, d. h. künstliche Bewitterung  
 Bestrahlungszeit: 1000 Stunden (pro Seite)  
 Bestrahlung:  $0,35 \text{ W/m}^2$ , 340 nm  
 Temperatur:  $50^\circ \text{C}$   
 Relative Luftfeuchte: 50%  
 Xenonlampe: innerer und äußerer Filter aus Borosilikat  
 Bestrahlungszyklen: 102 Minuten UV-Licht, dann 18 Minuten UV-Licht mit Wasserbesprühung der Proben, dann wieder 102 Minuten UV-Licht usw.

## Farbveränderung

Die Farbveränderung der Proben nach der künstlichen Bewitterung wird mit einem Spektralphotometer nach DIN 5033 gemessen.

Es gilt:

$\Delta L$ : Differenz in der Helligkeit

+ $\Delta L$ : Die Probe ist heller als der Standard

− $\Delta L$ : Die Probe ist dunkler als der Standard

$\Delta A$ : Differenz im Rot-Grün-Bereich

+ $\Delta A$ : Die Probe ist roter als der Standard

− $\Delta A$ : Die Probe ist grüner als der Standard

$\Delta B$ : Differenz im Blau-Gelb-Bereich

+ $\Delta B$ : Die Probe ist gelber als der Standard

− $\Delta B$ : Die Probe ist blauer als der Standard

$\Delta E$ : Gesamtfarbänderung

$$\Delta E = (\Delta L^2 + \Delta A^2 + \Delta B^2)^{1/2}$$

Je größer die numerische Abweichung vom Standard ist, desto größer ist der Farbunterschied.

Numerisch Werte von  $\leq 0,3$  sind vernachlässigbar und bedeuten, daß keine signifikante Farbänderung vorliegt.

Gelbwert

Der Gelbwert G ist die Abweichung von der Farblosigkeit in Richtung Gelb und wird gemäß DIN 6167

DE 196 30 599 A1  
gemessen. Gelbwert G-Werte von  $\leq 5$  sind visuell nicht sichtbar. *yellowness* *was measured to be  $\leq 5$*  *yellowness  $\leq 5$*

Amorphous PET

Beispiel 1 Example 1

Nach dem Coextrusionsverfahren wird eine 4 mm dicke, mehrschichtige, transparente, amorph Polyethylenterephthalatplatte mit der Schichtreihenfolge A-B-A, hergestellt, wobei B die Kernschicht und A die Deckschicht repräsentieren. Die Kernschicht B ist 3,5 mm dick und die beiden Deckschichten, welche die Kernschicht überziehen, sind jeweils 250  $\mu\text{m}$  dick. *each time/respectively* *core film*

Das für die Kernschicht B eingesetzte Polyethylenterephthalat hat folgende Eigenschaften:

SV(DCE): 1100  
IV(DCE): 0,85 dl/g  
Dichte: 1,38 g/cm<sup>3</sup>  
Kristallinität: 44%  
Kristallitschmelzpunkt  $T_m$ : 245°C  
Kristallisationstemperaturbereich  $T_c$ : 82°C bis 245°C  
Nach-(Kalt-) Kristallisationstemperatur  $T_{CN}$ : 152°C  
Polydispersität  $M_w/M_n$ : 2,02  
Glasübergangstemperatur: 82°C

*core is 3,5 mm thick*  
*4 layers are each .25 mm*

Die Deckschichten A enthalten als Hauptbestandteil Polyethylenterephthalat und jeweils 1,0 Gew.-% des Antioxydants 2-[(2,4,8,10-Tetrakis(1,1-dimethylethyl)dibenzo[d,f][1,3,2]dioxaphosphin-6-yl]-oxy-ethyl]ethanamin (Irgafos 12 der Firma Ciba-Geigy).

Zur Gewährleistung einer homogenen Verteilung werden 1,0 Gew.-% des Antioxydants Irgafos 12 direkt beim Rohstoffhersteller in das Polyethylenterephthalat eingearbeitet.

Das Polyethylenterephthalat, aus dem die Deckschichten hergestellt werden, hat eine Standardviskosität SV(DCE) von 1010, was einer intrinsischen Viskosität IV(DCE) von 0,79 dl/g entspricht. Der Feuchtigkeitsgehalt liegt bei  $< 0,2\%$  und die Dichte (DIN 53 479) bei 1,41 g/cm<sup>3</sup>. Die Kristallinität beträgt 59%, wobei der Kristallitschmelzpunkt nach DSC-Messungen bei 259°C liegt.

Der Kristallisationstemperaturbereich  $T_c$  liegt zwischen 83°C und 258°C, wobei die Nachkristallisationstemperatur (auch Kaltkristallisationstemperatur)  $T_{CN}$  bei 144°C liegt. Die Polydispersität  $M_w/M_n$  des Polyethylenterephthalats beträgt 2,14.

Die Glasübergangstemperatur liegt bei 83°C.

Vor der Coextrusion werden das Polyethylenterephthalat für die Kernschicht und das hydrolyse-stabilisierte Polyethylenterephthalat für die Deckschichten 5 Stunden bei 170°C im Trockner getrocknet und dann durch eine Breitschlitzdüse auf einen Glättkalandar, dessen Walzen S-förmig angeordnet sind, coextrudiert und zu einer dreischichtigen 4 mm dicken Platte geglättet.

Die Extrusionstemperatur des Hauptextruders für die Kernschicht liegt bei 282°C. Die Extrusionstemperaturen der beiden Coextruder für die Deckschichten liegen bei 294°C. Die erste Kalandarwalze hat eine Temperatur von 65°C und die nachfolgenden Walzen haben jeweils eine Temperatur von 58°C. Die Geschwindigkeit des Abzuges liegt bei 4,2 m/min.

In Anschluß an die Nachkühlung wird die dreischichtige transparente Platte mit Trennsagen an den Rändern gesäumt, abgelängt und gestapelt.

Die erhaltene transparente, amorphe, dreischichtige PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Schichtaufbau: A-B-A
- Gesamtdicke: 4 mm *total thickness*
- Dicke der Kernschicht: 3,5 mm *core thickness*
- Dicke der Deckschichten: je 0,25 mm *each thickness*
- Oberflächenglanz 1. Seite: 191 *gloss 191*
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 189
- Lichttransmission: 93,0% *VLT = 93%*
- Clarity (Klarheit): 100% *100% clear (0 haze)*
- Trübung: 0,7% *yellowness??*
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit  $a_n$  nach Charpy: kein Bruch
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup> *density*
- Schädigungsenergie  $W_s$  bei 23°C: 139 J

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchte von 95% zeigt die PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 173
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 169
- Lichttransmission: 91,8
- Clarity: 100%
- Trübung: 1,0
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine

- Kristallinität: 0%
- Dicht : 1,33 g/cm<sup>3</sup>
- Schlagzähigk it a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 118 J.

5

## Beispiel 2

Analog Beispiel 1 wird eine 4 mm dicke, transparente PET-Platte hergestellt. Die Kernschicht enthält 0,1 Gew.-% Antioxydans Irgafos 12 als Hydrolysestabilisator, wobei das Antioxydans bereits beim Rohstoffher-

10

steller zudosiert wurde. Die Deckschichten enthalten jeweils 1,0 Gew.-% Antioxydans Irgafos 12 und 2 Gew.-% des UV-Stabilisators 2-(4,6-Diphenyl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxyphenol (®Tinvin 1577 der Fa. Ciba Geigy). Die beiden Stabilisatoren werden direkt beim Rohstoffhersteller zu dem Polyethylenterephthalat dosiert.

Die erhaltene transparente PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

15

- Gesamtdicke: 4 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite: 176
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 172
- Lichttransmission: 92,7%
- Clarity (Klarheit): 99,8%
- Trübung: 1,8%
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 132 J
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>

20

25

30

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C, einer relativen Luftfeuchte von 95% und nach 1000 Stunden Bewitterung pro Seite mit dem Atlas Ci 65 Weather Ometer zeigt die PET-Platte folgende Eigenschaften:

35

- Oberflächenglanz 1. Seite: 154
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 152
- Lichttransmission: 91,2%
- Clarity: 99,4%
- Trübung: 2,8%
- Gesamtverfärbung ΔE: 0,24
- Dunkelverfärbung ΔL: -0,19
- Rot-Grün-Verfärbung ΔA: -0,08
- Blau-Gelb-Verfärbung ΔB: 0,12
- Oberflächendefekte: keine (Risse, Versprödung)
- Gelbwert G: 4
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 121 J
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

40

45

## Beispiel 3

Es wird eine einschichtige 4 mm dicke, transparente Platte hergestellt, die als Hauptbestandteil Polyethylenterephthalat und 0,5 Gew.-% Antioxydans ®Irgafos 12 (Fa. Ciba Geigy) enthält.

Zur Gewährleistung einer homogenen Verteilung werden 0,5 Gew.-% des Antioxydans direkt beim Rohstoffher-

55

hersteller in das Polyethylenterephthalat eingearbeitet. Das eingesetzte Polyethylenterephthalat hat eine Standardviskosität SV (DCE) von 1010, was einer intrinsischen Viskosität IV (DCE) von 0,79 dl/g entspricht. Der Feuchtigkeitsgehalt liegt bei < 0,2% und die Dichte (DIN 53479) bei 1,41 g/cm<sup>3</sup>. Die Kristallinität beträgt 59%, wobei der Kristallitschmelzpunkt nach DSC-Messungen bei 258°C liegt.

60

Der Kristallisationstemperaturbereich T<sub>c</sub> liegt zwischen 83°C und 258°C, wobei die Nachkristallisationstemperatur (auch Kaltkristallisationstemperatur) T<sub>cn</sub> bei 144°C liegt. Die Polydispersität M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> des Polyethylenterephthalats beträgt 2,14.

Die Glasübergangstemperatur liegt bei 83°C.

Vor der Extrusion wird das Polyethylenterephthalat 5 Stunden bei 170°C in einem Trockner getrocknet und dann in einem Schneckenextruder bei einer Extrusionstemperatur von 286°C durch eine Breitschlitzdüse auf einen Glättkalander, dessen Walzen S-förmig angeordnet sind, extrudiert und zu einer 4 mm dicken Platte geglättet. Die erste Kalandrierwalze hat eine Temperatur von 65°C und die nachfolgenden Walzen haben jeweils eine Temperatur von 58°C.

65



Im Anschluß an die Nachkühlung wird die transparente, 4 mm dicke PET-Platte mit Trennsägen an den Rändern gesäumt, abgelängert und gestapelt.

Die erhaltene transparente, amorphe PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke: 4 mm 5
- Oberflächenglanz 1. Seite: 198
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 196
- Lichttransmission: 92%
- Clarity (Bildschärfe): 100%
- Trübung: 0,5% 10
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut, keine Defekte
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 136 J 15
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95% zeigt die einschichtige PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 182
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 180
- Lichttransmission: 90,5%
- Clarity (Bildschärfe): 99%
- Trübung: 0,9% 25
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut, keine Defekte
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 128 J 30
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>

#### Beispiel 4

*Masterbatch*  
Analog Beispiel 3 wird eine 4 mm dicke, transparente PET-Platte hergestellt, wobei das Antioxydans® Irgafos 12 in Form eines Masterbatches zudosiert wird. Das Masterbatch setzt sich aus 5 Gew.-% Irgafos 12 als Wirkstoffkomponente und 95 Gew.-% des Polyethylenterephthalats aus Beispiel 3 zusammen. Vor der Extrusion werden 90 Gew.-% des Polyethylenterephthalats aus Beispiel 3 mit 10 Gew.-% des Masterbatches 5 Stunden bei 170°C getrocknet. Die Extrusion und Plattenherstellung erfolgt analog zu Beispiel 3. *5 hours at dried/dehumidified*

Die erhaltene transparente, amorphe PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke: 4 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite: 192
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 191
- Lichttransmission: 91,3%
- Clarity: 100%
- Trübung: 0,6%
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine 50
- (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 133 J
- Kaltformbarkeit: gut
- Kristallinität: 0% 55
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95% zeigt die einschichtige PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 179
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 178
- Lichttransmission: 90,2%
- Clarity (Bildschärfe): 99,2%
- Trübung: 1,0% 60
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut 65

- Schädigungsenergie  $W_s$  bei 23°C: 128 J
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

5

#### Beispiel 5

Analog Beispiel 3 wird eine 4 mm dicke, transparente PET-Platte hergestellt. Die einschichtige PET-Platte enthält 0,5 Gew.-% Antioxydans Irgafos 12 (Fa. Ciba Geigy) und 1,5 Gew.-% des UV-Stabilisators 2-(4,6-Di-phenyl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxyphenol (Tinuvin 1577 der Firma Ciba-Geigy).

10 Tinuvin 1577 hat einen Schmelzpunkt von 149°C und ist bis ca. 330°C thermisch stabil. Die Stabilisatoren werden beim Rohstoffhersteller zudosiert.

Die erhaltene transparente, amorphe PET-Platte hat folgende Eigenschaften:

- Dicke: 4 mm
- 15 — Oberflächenglanz 1. Seite: 183
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 180
- Lichttransmission: 90,1%
- Clarity (Bildschärfe): 99,0%
- Trübung: 1,4%
- 20 — Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit  $a_n$  nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie  $W_s$  bei 23°C: 140 J
- Kaltformbarkeit: gut
- 25 — Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95% und nach 1000 Stunden Bewitterung pro Seite mit dem Atlas Ci 65 Weather Omet

30 zeigt die PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 171
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 169
- Lichttransmission: 89,1%
- 35 — Clarity (Bildschärfe): 97%
- Trübung: 2,6%
- Gesamtverfärbung  $\Delta E$ : 0,22
- Dunkelverfärbung  $\Delta L$ : -0,18
- Rot-Grün-Verfärbung  $\Delta A$ : -0,08
- 40 — Blau-Gelb-Verfärbung  $\Delta B$ : 0,10
- Oberflächendefekte: keine (Risse, Versprödung)
- Schlagzähigkeit  $a_n$  nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut
- 45 — Schädigungsenergie  $W_s$  bei 23°C: 119 J
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

#### Beispiel 6

50

Analog Beispiel 5 wird eine 4 mm dicke, weiße, amorphe PET-Platte hergestellt. Die Platte enthält neben den beiden Stabilisatoren Tinuvin 1577 und Irgafos 12 6 Gew.-% Titandioxid als Farbmittel.

Das Titandioxid ist vom Rutiltyp und mit einer anorganischen Beschichtung aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und mit einer organischen Beschichtung aus Polydimethylsiloxan gecoatet. Das Titandioxid hat einen mittleren Teilchendurchmesser von 0,2 µm.

55 Das Titandioxid wird in Form eines Masterbatches zugegeben. Das Masterbatch setzt sich aus 30 Gew.-% des beschriebenen Titandioxides als Wirkstoffkomponente und 70 Gew.-% des beschriebenen Polyethylenterephthalats als Trägermaterial zusammen.

60 Vor der Extrusion werden 80 Gew.-% des mit 1,5 Gew.-% Tinuvin 1577 und 0,5 Gew.-% Irgafos 12 ausgerüsteten Polyethylenterephthalats und 20 Gew.-% des Titandioxid-Masterbatches 5 Stunden bei 170°C in einem Trockner getrocknet.

Die Extrusion und die Plattenherstellung erfolgt analog zu Beispiel 3.

Die erhaltene, weiß eingefärbte Platte zeigt folgende Eigenschaften:

- 65 — Dicke: 4 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite: 128
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 127
- Lichttransmission: 0%

- Weißgrad: 116
- Einfärbung: weiß, homogen
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine  
(Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut
- Kristallinität: 0%
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 143 J.

5

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95% und nach 1000 Stunden Bewitterung pro Seite mit dem Atlas Ci 65 Weather Ometre zeigt die weiße PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 120
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 117
- Lichttransmission: 0%
- Weißgrad: 108%
- Einfärbung: weiß, homogen
- Oberflächendefekte: keine  
(Risse, Versprödung)
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Kaltformbarkeit: gut
- Kristallinität: 0%
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 126 J.

15

20

#### Vergleichsbeispiel 1 *comparative example*

25

Analog Beispiel 1 wird nach dem Coextrusionsverfahren eine 4 mm dicke, mehrschichtige, transparente, amorphe PET-Platte mit der Schichtfolge A—B—A hergestellt. Die Platte enthält kein Antioxydans.

Die erhaltene transparente, amorphe, dreischichtige PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

30

- Schichtaufbau: A—B—A
- Dicke der Deckschichten: je 0,25 mm
- Dicke der Basisschichten: 3,5 mm
- Gesamtdicke: 4 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite: 195
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 193
- Lichttransmission: 93%
- Clarity (Klarheit): 99,6%
- Trübung: 0,6%
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 138 J
- Kaltformbarkeit: gut
- Kristallinität: 0%
- Dichte 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

35

40

45

Nach 1000 Stunden Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95% und nach 1000 Stunden Bewitterung pro Seite mit dem Atlas Ci 65 Weather Ometre zeigt die PET-Platte folgende Eigenschaften:

50

- Oberflächenglanz 1. Seite: 94
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 92
- Lichttransmission: 71,2%
- Clarity: 80,4%
- Trübung: 8,4%
- Gesamtverfärbung ΔE: 3,71
- Dunkelverfärbung ΔL: -0,31
- Rot-Grün-Verfärbung ΔA: -0,87
- Blau-Gelb-Verfärbung ΔB: +3,59
- Oberflächendefekte: Versprödung
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: Sprödbbruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 4 J
- Kaltformbarkeit: Rißbildung
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

55

60

65

## Vergleichsbeispiel 2

Analog Beispiel 5 wird eine 4 mm dicke, transparente PET-Platte hergestellt. Die Platte enthält kein Antioxydant und keinen UV-Stabilisator. Die erhaltene transparente, amorphe, einschichtige PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke: 4 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite: 195
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 192
- Lichttransmission: 92,5%
- Clarity (Bildschärfe): 100%
- Trübung: 0,4%
- Oberflächendefekte pro m<sup>2</sup>: keine
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: kein Bruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 138 J
- Kaltformbarkeit: gut
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>.

Nach 1000 h Lagerung in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von 50°C, einer relativen Luftfeuchte von 95% und nach 1000 h Bewitterung pro Seite mit dem Atlas Ci 65 Weather Ometre zeigt die PET-Platte folgende Eigenschaften:

- Oberflächenglanz 1. Seite: 94
- (Meßwinkel 200) 2. Seite: 92
- Lichttransmission: 71,2%
- Clarity: 80,4%
- Trübung: 8,4%
- Gesamtverfärbung ΔE: 3,71
- Dunkelverfärbung ΔL: -0,31
- Rot-Grün-Verfärbung ΔA: -0,87
- Blau-Gelb-Verfärbung ΔB: +3,59
- Oberflächendefekte: Versprödung
- Schlagzähigkeit a<sub>n</sub> nach Charpy: Spröbruch
- Schädigungsenergie W<sub>s</sub> bei 23°C: 4 J
- Kaltformbarkeit: Rißbildung
- Kristallinität: 0%
- Dichte: 1,33 g/cm<sup>3</sup>

## Patentansprüche

1. Amorphe Platte mit einer Dicke im Bereich von 0,8 bis 20 mm, die ein kristallisierbares Polyethylenterephthalat als Hauptbestandteil und mindestens ein Antioxydant enthält, *including Antioxidant*
2. Platte nach Anspruch 1, wobei das Antioxydant in einer Konzentration von 0,1 bis 6 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Polyethylenterephthalats in der Platte, vorliegt.
3. Platte nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Antioxydant ausgewählt ist unter sterisch gehinderten Phenolen, sekundären, aromatischen Aminen, Phosphiten, Phosphoniten, Thioether, Carbondimiden und Zinkdibutyldithiocarbamat. *Types of antioxidant*
4. Platte nach Anspruch 3, wobei das Antioxydant 2-[(2,4,8,10-Tetrakis(1,1-dimethylethyl)dibenzo[d,f][1,3,2]dioxaphosphin-6-yl)oxy]ethyl]ethanamin und/oder Tris-(2,4-di-tert.-butylphenyl)phosphit ist.
5. Platte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Platte mindestens einen UV-Stabilisator enthält.
6. Platte gemäß Anspruch 5, wobei die Konzentration des UV-Stabilisators im Bereich von 0,01 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des kristallisierbaren Thermoplasten, liegt.
7. Platte gemäß Anspruch 5 oder 6, wobei der UV-Stabilisator ausgewählt wird unter 2-Hydroxybenzotriazole und Triazinen.
8. Platte gemäß Anspruch 7, wobei der UV-Stabilisator ausgewählt wird unter 2-(4,6-Diphenyl-1,35-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxy-phenol und 2,2'-Methylenbis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-phenol).
9. Platte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Platte mindestens ein Farbmittel enthält.
10. Platte nach Anspruch 9, wobei das Farbmittel ausgewählt ist unter Farbstoffen und Pigmenten. *coloring & pigments*
11. Platte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Platte mindestens einseitig eine kratzfeste Beschichtung aufweist.
12. Platte nach Anspruch 11, wobei die kratzfeste Beschichtung siliciumund/oder acrylhaltig ist.
13. Platte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Platte eine mehrschichtige Struktur mit mindestens einer Deckschicht und mindestens einer Kernschicht aufweist.
14. Platte nach Anspruch 13, wobei die Standardviskosität des Polyethylenterephthalats in der Kernschicht größer ist als die des Polyethylenterephthalats in der angrenzenden Deckschicht.

15. Platte nach Anspruch 13 oder 14, wobei die Platte eine mehrschichtige Struktur mit zwei Deckschichten und einer zwischen den Deckschichten liegenden Kernschicht aufweist.

16. Platte nach einem der Ansprüche 13 bis 15, wobei das mindestens eine Antioxydans in der Deckschicht enthalten ist.

17. Platte nach einem der Ansprüche 13 bis 16, wobei der mindestens eine UV-Stabilisator in der Deckschicht<sup>face</sup> enthalten ist. *is included*

18. Verfahren zur Herstellung einer einschichtigen, amorphen Platte nach einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei das Polyethylenterephthalat in einem Extruder zusammen mit dem mindestens einem Antioxydans aufgeschmolzen wird, die Schmelze durch eine Düse ausgeformt wird und anschließend die erhaltene Platte im Glättwerk mit mindestens zwei Walzen kalibriert, geglättet und gekühlt wird, wobei die erste Walze des Glättwerkes eine Temperatur im Bereich von 50 bis 80°C hat. 10

→ 19. Verfahren zur Herstellung einer mehrschichtigen amorphen Platte nach einem der Ansprüche 13 bis 17, wobei das Polyethylenterephthalat für die mindestens eine Kernschicht und das Polyethylenterephthalat für die mindestens eine Deckschicht zusammen mit dem mindestens einem Antioxydans in einem Coextruder aufgeschmolzen werden, die Schmelzen übereinander geschichtet und die zusammengeführten Schichten durch eine Düse ausgeformt und anschließend im Glättwerk mit mindestens zwei Walzen kalibriert, geglättet und gekühlt werden, wobei die Temperatur der ersten Walze des Glättwerkes in einem Bereich von 50 bis 80°C liegt. 15

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 oder 19, wobei das Polyethylenterephthalat vor der Extrusion für 4 bis 6 Stunden bei einer Temperatur im Bereich von 160 bis 180°C vorgetrocknet wird. 20

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 20, wobei die Temperatur der Polyethylenterephthalat-schmelze im Bereich von 250 bis 320°C liegt.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 21, wobei die Additive ausgewählt unter Antioxydantien, UV-Stabilisatoren und Farbmittel über die Masterbatchtechnologie zugeführt werden.

23. Verwendung einer amorphen Platte nach einem der Ansprüche 1 bis 16 im Außen- und Innenbereich. 25

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (10/27/74)